

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
17. Februar 2005 (17.02.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2005/014604 A3**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: C07F 9/6571

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/007468

(22) Internationales Anmeldedatum:  
8. Juli 2004 (08.07.2004)

(25) Elnrelchungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
103 33 042.9 21. Juli 2003 (21.07.2003) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): CLARIANT GMBH [DE/DE]; Brüningstrasse 50,  
65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): WEHNER, Mark  
[DE/DE]; Lenzhanner Weg 1A, 65527 Niedernhausen  
(DE). KIRSCHBAUM, Bettina [DE/DE]; Loreleistr. 18,  
65929 Frankfurt am Main (DE). DEUTSCHER, Lothar  
[DE/DE]; Mecklenburger Str. 3, 65824 Schwalbach (DE).  
WAGNER, Hans, Jürgen [DE/DE]; Rossertstr. 19,  
65795 Hattersheim (DE). HÖSSL, Harald [DE/DE]; Am  
Flachsland 51, 65779 Kelkheim (DE).

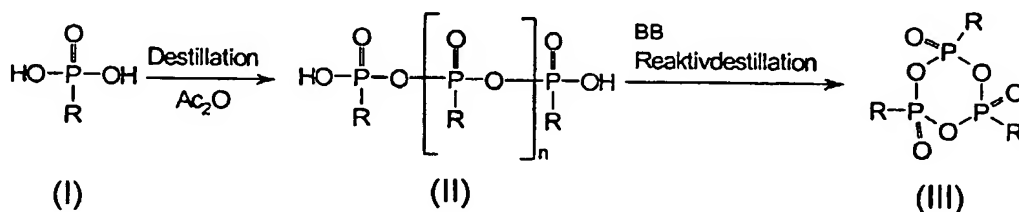
(74) Anwalt: MIKULECKY, Klaus; Clariant Service GmbH,  
Patente, Marken, Lizenzen, Am Unisys-Park 1, 65843  
Sulzbach (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für  
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,  
AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,  
CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,  
GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF CYCLIC PHOSPHONIC ACID ANHYDRIDES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON CYCLISCHEN PHOSPHONSÄUREANHYDRIDEN



BB REACTIVE DISTILLATION

(57) Abstract: Disclosed is a method for producing cyclic phosphonic acid anhydrides of formula (III) by a) reacting phosphonic acid derivatives of formula (I) with acetic anhydride at a temperature ranging between 30 and 150 °C while separating a mixture of ethanoic acid and acetic anhydride by means of distillation, b) then reactively distilling the oligomeric phosphonic acid anhydrides of formula (II) obtained in step a) and transforming the same into the corresponding cyclic trimeric phosphonic acid anhydrides of formula (III), n representing a number between 0 and 300 while R represents allyl, aryl, or open-chain, cyclic, or branched C<sub>1</sub> to C<sub>8</sub> alkyl radicals, aryloxy, allyloxy, or alkoxy comprising open-chain, cyclic, or branched C<sub>1</sub> to C<sub>8</sub> alkyl radicals. Preferably, the cyclic trimeric phosphonic acid anhydrides formed in step b) are immediately dissolved in an organic solvent that exhibits an inert behavior relative thereto.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von cyclischen Phosphonsäureanhydriden der Formel (III) durch a) Umsetzung von Phosphonsäure-Derivaten der Formel (I) mit Essigsäureanhydrid bei einer Temperatur im Bereich von 30 bis 150 °C und gleichzeitiger destillativer Abtrennung eines Gemisches aus Essigsäure und Essigsäureanhydrid, b) anschließender Reaktivdestillation der in Schritt a) erhaltenen oligomeren Phosphonsäureanhydride der Formel (II) und Überführung in die entsprechenden cyclischen trimeren Phosphonsäureanhydride der Formel (III), wobei, n eine ganze Zahl von 0 bis 300 ist und R für Allyl, Aryl oder offenkettige, cyclische oder verzweigte C<sub>1</sub> bis C<sub>8</sub>Alkyl-Reste, Aryloxy, Allyloxy oder Alkoxy mit offenkettigen, cyclischen oder verzweigten C<sub>1</sub> bis C<sub>8</sub>-Alkyl-Resten, steht. Vorzugsweise werden die in Schritt b) gebildeten cyclischen trimeren Phosphonsäureanhydride sofort in einem organischen Lösungsmittel gelöst werden, das sich diesen gegenüber inert verhält.

WO 2005/014604 A3



KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

- (88) Veröffentlichungsdatum des Internationalen  
Recherchenberichts:

6. Mai 2005

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.